



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 102 03 958 A 1**

⑳ Aktenzeichen: 102 03 958.5  
㉔ Anmeldetag: 1. 2. 2002  
㉕ Offenlegungstag: 8. 8. 2002

⑤1 Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 09 D 1/02**

C 09 D 5/12  
C 09 D 17/00  
C 08 J 3/20  
C 03 C 17/22  
B 05 D 7/16

DE 102 03 958 A 1

⑥6 Innere Priorität:  
101 04 546. 8      01. 02. 2001

⑦1 Anmelder:  
Engelmann, Walter F., 67269 Grünstadt, DE

⑦4 Vertreter:  
Berendt und Kollegen, 81667 München

⑦2 Erfinder:  
gleich Anmelder

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤4 Keramische, organische Überzugsmasse, Verfahren zum Zubereiten und Verfahren zum Aufbringen einer solchen Überzugsmasse, insbesondere für Trägermaterialien aus Metall, Glas oder Kunststoff

⑤7 Die Erfindung befaßt sich mit einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse, welche insbesondere folgendes aufweist:

- a) 5,0 bis 30 Gew.-% einer siliziumhaltigen Grundkomponente mit einer Teilchengröße von 1,0 bis 15 nm,
- b) 15 bis 60 Gew.-% Bindemittel,
- c) 10 bis 65 Gew.-% Lösungsmittel,
- d) gegebenenfalls 0 bis 35 Gew.-% Pigmente oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem und
- e) 0,05 bis 0,4 Gew.-% Säure.

Die Komponente (d) ist natürlich nur bei Überzugsmassen der gattungsgemäßen Art mit Farbgebung enthalten.

Ferner wird ein Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse, welche im wesentlichen farblos ist, angegeben, bei dem zuerst die Komponenten (b) und (c) homogenisiert und vermischt werden, und dann die siliziumhaltige Grundkomponente (a) gegebenenfalls unter Zusetzen von Säure eingemischt wird. Bei einem Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse mit Farbgebung werden zuerst die Grundkomponenten (a) und das Lösungsmittel (b) zusammengebracht und dann die Pigmente (d) oder das vorgefertigte Pigmentpastensystem in Verbindung mit einem Teil des Bindemittels (b) eingeführt. In diese Dispersion wird dann das Bindemittel (b) vollständig eingeführt und gegebenenfalls erfolgt dann noch die Zugabe der Säure als weitere Komponente (e) und/oder wenigstens ein Teil dieser Säure wird zuvor in Verbindung mit dem Bindemittel eingebracht.

DE 102 03 958 A 1

[0001] Die Erfindung befaßt sich mit einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse, einem Verfahren zum Zubereiten und einem Verfahren zum Aufbringen einer solchen Überzugsmasse, welche insbesondere für Trägermaterialien aus Metall, Glas oder Kunststoff bestimmt ist.

[0002] In DE 197 15 940 A1 sind ein Verfahren zur Herstellung einer auf einem Trägermaterial, insbesondere einem metallischen Trägermaterial, als Schicht aufzubringenden keramischen Überzugsmasse und ein Verfahren zum Aufbringen einer solchen Überzugsmasse beschrieben. Die dort beschriebene Überzugsmasse gestattet einen Oberflächenschutz des Trägermaterials, und die Überzugsmasse aus keramischen Partikeln läßt sich bei relativ niedrigen Temperaturen ohne eine Einbrennbehandlung dauerhaft haftend auf dem Trägermaterial aufbringen.

[0003] Es hat sich nunmehr das Bedürfnis entwickelt, keramische, anorganische Überzugsmassen im wesentlichen farblos oder auch mit entsprechender Farbgebung auch auf anderen Trägermaterialien als Metall, wie zum Beispiel Glas oder Kunststoff vorzusehen.

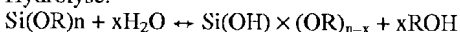
[0004] Die Erfindung zielt daher darauf ab, eine keramische, anorganische Überzugsmasse, ein Verfahren zum Zubereiten derselben und ein Verfahren zum Aufbringen einer solchen Überzugsmasse insbesondere auf Trägermaterialien wie Metall, Glas oder Kunststoff bereitzustellen.

[0005] Nach der Erfindung wird hierzu eine keramische, anorganische Überzugsmasse, insbesondere für Trägermaterialien aus Metall, Glas oder Kunststoff bereitgestellt, welche in Kombination folgendes aufweist:

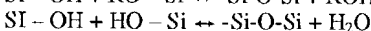
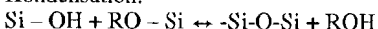
- a) 5,0 bis 30 Gew.-% einer siliziumhaltigen Grundkomponente mit einer Teilchengröße von 1,0 bis 15 nm,
- b) 15 bis 60 Gew.-% Bindemittel,
- c) 10 bis 65 Gew.-% Lösungsmittel,
- d) gegebenenfalls 0 bis 35 Gew.-% Pigmente oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem, und
- e) 0,05 bis 0,4 Gew.-% Säure.

[0006] Die keramische, anorganische Überzugsmasse basiert auf einem Sol-Gel-System, welches auf relativ einfache Weise bei relativ niedriger Temperatur das Vorsehen einer Oberflächenbeschichtung mit hoher Reinheit und hoher Homogenität unter Einschluß von Metall-Oxiden gestattet. Das Sol-Gel-System basiert auf der Hydrolyse und Kondensation von Metall-Oxiden  $M(OR)_n$ . Bei einem siliziumhaltigen Material mit  $Si(OR)_n$  ergeben sich etwa folgende Reaktionsabläufe:

Hydrolyse:



Kondensation:



(Dehydration)

R stellt hierbei eine Alkyl-Gruppe dar.

[0007] Bei der Hydrolyse wird die Alkoxid-Gruppe durch eine Hydroxyl-Gruppe ersetzt, und die Kondensation unter Einschluß der Silanol-Gruppen führt zu Siloxanen und Nebenprodukten, wie Alkohol (ROH) und/oder Wasser. Bei diesem Sol-Gel-System setzt in den meisten Fällen die Kondensation schon viel eher als die Beendigung der Hydrolyse-Reaktion ein. Das Lösungsmittel, wie Alkohol gegebenenfalls vermischt mit Wasser, unterstützt die Homogenisierung, da sich Wasser und Alkoxisilane nicht homogen mischen. Obgleich Alkohol als Nebenprodukt bei der Hydrolyse anfällt, läßt sich hierdurch die Homogenisierung nur in der Anfangsphase der Reaktion stabilisieren, während der ergänzend zugesetzte Alkohol nicht nur als Lösungsmittel, sondern auch als Homogenisierungsmittel dient. Ferner ist Alkohol als Lösungsmittel auch wirksam bei der Esterbildung oder der Alkolyse-Reaktion. Einen wesentlichen Einfluß hat daher je nach den Anforderungen an das Endprodukt das  $H_2O$ /Alkoxid Mol-Verhältnis sowie die Säurekonzentration.

[0008] Ferner sind die Hydrolyse und die Kondensation stark von äußeren Bedingungen, insbesondere von Umgebungstemperatur und relativer Luftfeuchtigkeit beispielsweise abhängig, und man generell sagen, daß mit zunehmender Temperatur die Reaktionen schneller ablaufen. Zur Beeinflussung der Gleichgewichtsreaktion und zur Beherrschung derselben kann es zweckmäßig sein, bei der Reaktion anfallende Alkohole abzuführen.

[0009] Das Sol-Gel-System basiert auf dem Einsatz von Kieselsol als eine siliziumhaltige Grundkomponente, bei der es sich um eine kolloidale Lösung von Siliziumpartikeln und Flüssigkeit mit einer Teilchengröße von etwa 1,0 nm bis 15 nm handelt.

[0010] Bei den Reaktionen hat insbesondere die Säure als Katalysator einen wesentlichen Einfluß auf die Hydrolyse- und die Kondensationsreaktionen und mit ihr wird Einfluß auf die Struktur des Endprodukts als Überzugsmasse auf einem Trägermaterial genommen. Die Katalysatorwirkung der Säure ist vielschichtig, da bei steigendem Säuregrad sich die Hydrolyse und die Polymerisation im Zusammenhang mit den Silanol-Gruppen verstärken. Hierdurch kann es zum Umkehrreaktionen kommen, wodurch sich eine höhere Wasserkonzentration ergibt. Ferner hat die Säure sowohl einen Einfluß auf die anorganischen Bestandteile als auch auf die siliziumhaltige Grundkomponente (Kieselsol) einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse. Daher muß die eingesetzte siliziumhaltige Grundkomponente exakt definiert und kontrolliert werden, und die anorganischen Bestandteile, wie Bindemittel und gegebenenfalls Pigmente oder ein Pigmentpastensystem, müssen entsprechend hierauf abgestimmt werden.

[0011] Als Lösungsmittel kommen Wasser und verschiedene Alkohole oder auch Mischungen hiervon in Betracht, welche einen wesentlichen Einfluß auf die Hydrolysereaktion haben.

[0012] Auch das Verhältnis von insgesamt zugeführter Wassermenge und Anteil der siliziumhaltigen Grundkomponente ist von grundlegender Bedeutung. Dieses im Zusammenhang mit der Hydrolyse stehende Verhältnis ändert sich in Abhängigkeit von dem Anteil der Metall-Alkoxide. Je größer der Faktor "r" ist, desto vollständiger läuft die Hydrolyse-reaktion ab, ehe die Kondensationsreaktion in den Vordergrund rückt.

**[0013]** Die gegebenenfalls vorgesehenen anorganischen Pigmente oder ein entsprechendes Pigmentpastensystem, welche bei einer Überzugsmasse für die Farbgebung eingesetzt werden und das Bindemittel beeinflussen aufgrund ihrer komplizierten Oberflächencharakteristik sehr stark die chemischen, elektrischen und mechanischen Eigenschaften der Überzugsmasse.

**[0014]** Für die Funktionsfähigkeit der Überzugsmasse als Beschichtungsmaterial sind insbesondere die Eigenschaften wie Dispergierfähigkeit, Säure-Resistenz der einzelnen Oxide, hohe Reinheit der eingesetzten Materialien, IEP (Iso-Elektrik-Konstante), Partikelgröße, spezifisches Gewicht, spezifische Oberfläche und die Partikelform wesentlich. Unter entsprechender Abstimmung der Mengenanteile der Komponenten wird Einfluß auf die Eigenschaften der keramischen, anorganischen Überzugsmasse hinsichtlich Viskosität, Farbe, Tixotropie und dergleichen genommen.

**[0015]** Zur Verbesserung der Viskosität der keramischen, anorganischen Überzugsmassen kann HPC (Hydro-Propyl-Cellulose) zugesetzt werden. HPC wird in IPA (Isopropyl-Alkohol) oder in Wasser oder in einem Gemisch von beiden gelöst.

**[0016]** Unter Berücksichtigung der jeweiligen Mischungsverhältnisse der Komponenten der Überzugsmasse lassen sich dann die erforderliche Viskosität für den gewünschten Anwendungszweck, der Glanzgrad der Oberfläche des aufgetragenen Überzugs, und die Lagerstabilität der jeweiligen Überzugsmassen einstellen.

**[0017]** Bei der insbesondere als Katalysator wirkenden zugesetzten Säurekomponente kann es sich vorzugsweise um konzentrierte Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ), Salzsäure ( $\text{HCl}$ ) oder Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) handeln.

**[0018]** Die Erfindung bezieht sich sowohl auf keramische, anorganische Überzugsmassen, welche im wesentlichen farblos sind, als auch auf solche, welche eine Farbgebung haben, was im wesentlichen mit der Zugabe von entsprechenden Pigmenten oder vorgefertigten Pigmentpastensystemen erreicht wird. Bei der Zugabe von Pigmenten zur Farbgebung haben diese zweckmäßigerweise eine mittlere Teilchengröße von 0,05 bis 5  $\mu\text{m}$  und insbesondere von 1,0 bis 4  $\mu\text{m}$ .

**[0019]** Ferner wird nach der Erfindung ein Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse angegeben, welche im wesentlichen farblos ist. Bei dieser Zubereitungsweise werden das Bindemittel (Komponente b)) und das Lösungsmittel (Komponente c)) durch inniges Vermischen homogenisiert, und in das so erhaltene Gemisch wird die siliziumhaltige Grundkomponente (a) eingemischt. Bei diesem Einnischen kann gegebenenfalls schon teilweise die Säurekomponente nach e) zugegeben werden. Anschließend wird dann die restlichen Säurekomponente zugegeben. Zur Erzielung einer vollständigen Homogenisierung wird dann auf die zuvor beschriebene Weise zubereitete Überzugsmasse weiter gemischt. Die Zeit für dieses Weitermischen hängt von den Komponenten und den Mengenanteilen derselben wesentlich ab. Bei einer im wesentlichen farblosen Überzugsmasse hat auf die Zubereitungsweise das Mischungsverhältnis von Bindemittel (Komponente b)) und Lösungsmittel (Komponente c)) zu der siliziumhaltigen Grundkomponente (Komponente a)) einen wesentlichen Einfluß und dieses Mischungsverhältnis sollte in einem Bereich von 4 : 1 bis 1,5 : 1 liegen.

**[0020]** Ferner wird nach der Erfindung ein Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse mit Farbgebung bereitgestellt, bei welchem die siliziumhaltige Grundkomponente a) in das Lösungsmittel als Komponente c) eingerührt wird. Unter ständigem Weiterrühren werden dann die Pigmente oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem als Komponente d) eingerührt. Hierbei kann gegebenenfalls ein Teil des Bindemittels als Komponente b) und/oder ein Teil der Säurekomponente nach e) mit eingerührt werden. In die hierbei erhaltene Dispersion wird das Bindemittel als Komponente b) eingerührt, und schließlich wird der restliche Teil der Säurekomponente nach e) zugegeben.

**[0021]** Bei dieser Verfahrensweise liegt das Mischungsverhältnis von Bindemittel (Komponente b)), Lösungsmittel (Komponente c)) und Pigmente (d) bzw. gegebenenfalls vorgefertigtes Pigmentpastensystem) zu der siliziumhaltigen Grundkomponente nach a) in einem Bereich von etwa 4 : 1 bis etwa 1,5 : 1.

**[0022]** Bei der Zubereitungsweise der keramischen, anorganischen Überzugsmasse mit Farbgebung ist die Dispersion aus Lösungsmittel, siliziumhaltiger Grundkomponente und Pigmenten derart zu behandeln, daß die mittlere Teilchengröße der Pigmente etwa 0,05 bis 5  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 1,0 bis 4  $\mu\text{m}$  beträgt.

**[0023]** Das Mischungsverhältnis von Pigmenten zu Bindemittel sollte vorzugsweise in einem Bereich zwischen 3 : 1 und 4 : 1 liegen. Die nach der Erfindung zubereitete keramische, anorganische Überzugsmasse mit Farbgebung wird dann zur Homogenisierung weiter gemischt. In Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Komponenten der keramischen, anorganischen Überzugsmasse kann dieses Weitermischen zur Homogenisierung bis zu 12 Stunden erfolgen.

**[0024]** Bei allen Verfahrensweisen zum Zubereiten der keramischen Überzugsmasse, d. h. unabhängig davon, ob die Überzugsmasse im wesentlichen farblos ist oder eine Farbgebung hat, wird die zubereitete, keramische, anorganische Überzugsmasse bis zu 26 Stunden in der zubereiteten Weise belassen.

**[0025]** Weitere Einzelheiten des Verfahrens zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse mit und ohne Farbgebung sind in den Ansprüchen 13 bis 15 wiedergegeben.

**[0026]** Ferner wird nach der Erfindung auch ein Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs aus einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse, welche nach einem der vorangehenden Ansprüche zubereitet ist, auf einem Trägermaterial bereitgestellt. Die näheren Einzelheiten hierfür, welche für Überzugsmassen mit Farbgebung und ohne Farbgebung im wesentlichen übereinstimmen, sind in den Ansprüchen 16 bis 20 angegeben.

**[0027]** Lediglich zur Erläuterung sowie zur Veranschaulichung, aber ohne jeglichen beschränkenden Charakter werden nachstehend zwei Beispiele einer erfindungsgemäßen keramischen, anorganischen Überzugsmasse erläutert.

#### Beispiel A

#### Farblose keramische Überzugsmasse

## Zusammensetzung

- |   |   |                 |
|---|---|-----------------|
|   | a) siliziumhaltige Grundkomponente (Füllstoffe) | 5–30 Gew.-%     |
|   | b) Bindemittel                                  | 15–55 Gew.-%    |
| 5 | c) Lösungsmittel (Alkohol)                      | 15–65 Gew.-%    |
|   | e) Säurekomponente                              | 0,05–0,4 Gew.-% |

**[0028]** Die vorstehend angegebenen Prozentsätze sind auf die Gesamtmenge der Überzugsmasse bezogen.

- 10 **[0029]** Die Mischungsverhältnisse zwischen der Grundkomponente (a) und dem Bindemittel (b) relativ zum Lösungsmittel, beispielsweise Alkohol, liegen bei 8 : 2 bis 4 : 6.

**[0030]** Für die Zubereitung der Überzugsmasse wird zuerst das Bindemittel (b) in zwei Stufen mit dem Lösungsmittel (c) im Rührwerk intensiv gemischt (10–30 Minuten bei 400–1.000 l/min), so daß eine gleichmäßige, homogene Dispersion entsteht. Die Säurekomponente (e) wird am Ende oder auch teilweise zuvor zugegeben. Die siliziumhaltige Grundkomponente a) (Füllstoff) wird parallel intensiv mit Wasser gemischt (gleiche Zeit und Umdrehungen), und das Mischungsverhältnis variiert von 3 : 1 bis 1 : 3.

- 15 **[0031]** Danach wird unter weiterem Rühren (1–10 Std. mit 150–300 l/min) die siliziumhaltige Grundkomponente (a) (keramische Partikel) mit der Bindemittellösung (b) gemischt. Das Mischungsverhältnis von Bindemittellösung (b) zu Grundkomponente (a) liegt zwischen 1,5 : 1 und 4,0 : 1.

- 20 **[0032]** Während des Mischvorganges läuft eine exotherme Reaktion ab und die Flüssigkeit wird milchig trüb. Nach Abklingen der Reaktion wird die Mischung wieder bläulich klar.

**[0033]** Nach dem Zusammenrühren der Komponenten sollten diese zunächst bis zu sechs Stunden ruhen. Hierbei ist die Ruhezeit abhängig von der Dauer des Rührens. Je länger gerührt wird (Rührzeit min. 1–3 h = Ruhezeit 6 h, Rührzeit 10 h = Ruhezeit max. 1,0 h), desto kürzer kann die Ruhezeit sein.

- 25 **[0034]** Nach der Ruhezeit sollte die zubereitete Überzugsmasse noch einmal kurze Zeit (ca. 10 min.) gerührt werden und kann dann zum Aufbringen eines Überzuges weiter verarbeitet werden.

## Trägermaterial

- 30 **[0035]** Als Trägermaterial für die Beschichtung kommen insbesondere folgende Werkstoffe in Betracht:

Alle Eisen und Gußeisen  
Plattierte oder beschichtete Stahlbleche (verzinkt, aluminisiert)  
Nichteisen-Metalle (Aluminium, Kupfer u. a.)  
Edelstahl

- 35 Glas und Kunststoffe

## Vorbehandlung des Trägermaterials

- 40 **[0036]** Vor dem Auftrag der Überzugsmasse ist in allen Fällen und bei allen Trägermaterialien eine Vorbehandlung erforderlich. Diese sollte in jedem Fall eine Entfettung und ein Aufschließen der Oberfläche durch Sandstrahlen oder ein chemisches Aufschließen beinhalten. Vor dem Auftragen der Überzugsmasse auf das Trägermaterial kann dieses bis auf max. 50°C vorgewärmt werden.

## Aufbringen der Überzugsmasse

- 45 **[0037]** Die Überzugsmasse wird vorzugsweise durch Spritzen mit oder ohne Druckluft, durch elektrostatisches Auftragen, Walzen, Streichen, Tauchen oder im Bandbeschichtungsverfahren aufgebracht. Die Überzugsmasse kann ein- oder mehrschichtig aufgebracht werden. Bei mehrschichtigem Auftrag des Überzuges sind zweckmäßigerweise jeweils zwischen den einzelnen Aufträgen kurze Abluftzeiten vorzusehen. Die Gesamtschichtdicke des Überzuges liegt vorzugsweise zwischen 1,0 und 10 µm und sollte nicht über 10 µm hinausgehen, da die Oberfläche bei dickeren Überzügen zur Ribbildung neigt.

## Trocknung

- 55 **[0038]** Nach dem Aufbringen der Überzugsmasse oder der letzten Schicht desselben erfolgt eine Trocknung in einem Ofen bei 80°–270°C. Die Dauer der Trocknung liegt zwischen 30 Sekunden und bis zu 45 Minuten. Sie ist abhängig von der Schichtdicke des Überzuges, dem Trägermaterial, der Dicke desselben und der Art des Trockenofens.

**[0039]** Bei sehr dünnem Trägermaterial (< 0,8 mm) und Bandbeschichtung liegt die Temperatur bei ca. 260°–270°C und wirkt vorzugsweise etwa 45 s ein. Hieran schließt sich dann eine Abkühlphase von ca. 4–5 Minuten an.

- 60 **[0040]** Bei dickerem Trägermaterial sollte die Temperatur des Trockenofens zunächst in einem Zeitraum von ca. 5–10 min. allmählich angehoben werden und dann über einen Zeitraum von bis zu 45 min. konstant bei 160°–200°C gehalten werden. In diesem Fall sollte eine nachgeschaltete Abkühlphase auf Raumtemperatur von 5–10 Minuten vorgesehen sein.

- 65 **Beispiel B**

## Farbige keramische Überzugsmasse

## Zusammensetzung

a) Siliziumhaltige Grundkomponente (Füllstoff, keramische Partikel)	10–30 Gew.-%	
b) Bindemittel	20–35 Gew.-%	5
c) Lösungsmittel (Alkohol + Wasser)	5–30 Gew.-%	
d) Pigmente oder Pigmentpasten	20–35 Gew.-%	
	0–10 Gew.-%	
e) Säurekomponente	0,05–0,5 Gew.-%	10

[0041] Die vorstehend angegebenen Prozentsätze beziehen sich auf die Gesamtmenge der Überzugsmasse.

[0042] Das Mischungsverhältnis von Grundkomponente (a) und den Bindemitteln (b) relativ zum Lösungsmittel (c) (Alkohol und Wasser) liegt bei 15 : 85 bis 35 : 65.

[0043] Für die Herstellung der farbigen Überzugsmassen wird zunächst das Lösungsmittel (c) mit der Grundkomponente (a) zur Erhöhung der Viskosität intensiv verrührt (ca. 5–10 min. mit 300–600 l/min.) Unter weiterem Rühren wird danach ein Teil des Bindemittels (b) zugegeben und mit gleicher Zeit und Drehzahl weiter gerührt. Anschließend werden in diese Dispersion die Pigmente (d) und weitere Füllstoffe eingerührt, gegebenenfalls auch die gesondert hergestellte und vorgefertigte Pigmentpaste (20–30 min bei 500–1000 l/min).

[0044] Es folgt das Einrühren der Grundkomponente (a) bei ca. 500–1000 l/min, Dauer ca. 20–30 Minuten. Die so erhaltene Dispersion wird in einer Kugel- oder Perlmühle weiter behandelt, um die Teilchengrößen der Pigmente auf eine mittlere Teilchengröße von 1,0 bis 4,0 µm zu reduzieren. Dauer des Vorganges bis zu etwa 6 h.

[0045] Anschließend wird in die so erhaltene Dispersion das Bindemittel (b) eingerührt. Das Mischungsverhältnis Pigmente/Pigmentpastensystem (d) zu Bindemittel (b) liegt zwischen 3 : 1 und 4 : 1. Die Rührzeit für die vollständige Homogenisierung der Überzugsmasse liegt bei 1–12 Stunden, abhängig von der Jahreszeit, Luftfeuchtigkeit und der Umgebungstemperatur.

[0046] Die Säurekomponente (e) wird teilweise mit dem Bindemittel (b) und/oder gesondert zugegeben. Das Rühren erfolgt in einem normalen Rührer bei 150–250 l/min. Während des Rührens tritt eine exotherme Reaktion auf, die nach kurzen Zeit abklingt.

[0047] Bei einer Rührzeit 1–3 h sollte die zubereitete Überzugsmasse je nach Umgebungstemperatur 16–26 h ruhen. Je niedriger die Umgebungstemperatur, desto länger die Ruhezeit. In Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur und der Dauer der Ruhezeit liegt die Verarbeitbarkeit der Überzugsmasse zwischen 60 und 80 h, je niedriger die Temperatur, desto länger die Verarbeitbarkeit. Temperaturen unter 5°–6°C sind zu vermeiden, da die Überzugsmasse frostempfindlich ist.

[0048] Bei Rührzeiten von 6–12 h kann auf die Ruhezeit verzichtet werden, allerdings verringert sich die Zeit für die Verarbeitung in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur auf 40–70 h.

[0049] Die langen Rühr- und Ruhezeiten sind zwingend erforderlich um eine vollkommene Homogenisierung der Überzugsmasse zu erreichen, da nur so eine optimale Ausbildung der beschichteten Oberfläche und Haftung auf dem Trägermaterial gewährleistet ist.

## Trägermaterial

[0050] Hierbei kommen die Trägermaterialien wie beim Beispiel A in Betracht.

## Vorbehandlung des Trägermaterials

[0051] Diese entspricht dem Beispiel A.

## Auftrag der Überzugsmasse

[0052] Das Aufbringen der farbigen Überzugsmasse kann wie beim Beispiel A erfolgen.

[0053] Der Auftrag der Beschichtungsmasse erfolgt durch Spritzen mit oder ohne Druckluft, elektrostatischen Auftrag, Walzen, Streichen, Tauchen oder im Bandbeschichtungsverfahren.

[0054] Beim farbigen Überzug liegt die Gesamtschichtdicke desselben zwischen 10 und 30 µm und sollte nicht über 30 µm hinausgehen, da die Oberfläche bei dickeren Überzügen zur Ribbildung neigt.

## Trocknung

[0055] Nach dem Auftragen des Überzugs oder der letzten Schicht desselben erfolgt eine Trocknung im Ofen bei 180°–220°C. Die Dauer der Trocknung liegt zwischen 5 min. und bis zu 45 min. Sie ist abhängig von der Schichtdicke des Überzuges, dem Trägermaterial, der Dicke desselben und der Art des Trockenofens.

[0056] Bei sehr dünnem Trägermaterial (< 0,8 mm) und Bandbeschichtung liegt die Temperatur bei etwa 180°–270°C mit einer Einwirkdauer von ca. 1–5 min und einer nachgeschalteten Abkühlphase von ca. 4–5 min.

[0057] Bei dickerem Trägermaterial sollte die Temperatur des Trockenofens zunächst in einem Zeitraum von ca. 5–10 min. allmählich angehoben werden und dann über einen Zeitraum von bis zu 45 min. konstant bei 180°–220°C gehalten werden. In diesem Fall ist eine nachgeschaltete Abkühlphase auf Raumtemperatur von 5–10 Minuten vorzusehen.

1. Keramische, anorganische Überzugsmasse, insbesondere für Trägermaterialien aus Metall, Glas oder Kunststoff, welche in Kombination folgendes aufweist:
  - a) 5,0 bis 30 Gew.-% einer siliziumhaltigen Grundkomponente mit einer Teilchengröße von 1,0 bis 15 nm,
  - b) 15 bis 60 Gew.-% Bindemittel,
  - c) 10 bis 65 Gew.-% Lösungsmittel,
  - d) gegebenenfalls 0 bis 35 Gew.-% Pigmente oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem, und
  - e) 0,05 bis 0,4 Gew.-% Säure.
2. Überzugsmasse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel Alkohol und gegebenenfalls bis zu 20% Wasser umfaßt.
3. Überzugsmasse nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponente e) konzentrierte Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ), Salzsäure ( $\text{HCl}$ ) oder Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) enthalten ist.
4. Überzugsmasse nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß sie zur Farbgebung Pigmente nach d) mit bis zu 35 Gew.-% und einer mittleren Teilchengröße von 0,05 bis 5  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 1,0 bis 4  $\mu\text{m}$  oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem mit bis zu 2,0 Gew.-% enthält.
5. Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen, im wesentlichen farblosen Überzugsmasse nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten b) und c) durch inniges Vermischen homogenisiert werden, und in das so erhaltene Gemisch die siliziumhaltige Grundkomponente a) gegebenenfalls mit einer Teilzugabe der Säurekomponente eingemischt wird, die restliche Säure als Komponente e) zugegeben und die so erhaltene Überzugsmasse bis zu 10 Stunden weiter gemischt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis der Komponenten b) und c) zu a) in einem Bereich von 4 : 1 bis 1,5 : 1 liegt.
7. Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse mit Farbgebung nach Anspruch 1 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Grundkomponente a) in das Lösungsmittel c) eingerührt wird, unter fortgesetztem Rühren die Pigmente d) oder ein vorgefertigtes Pigmentpastensystem gegebenenfalls zusammen mit einem Teil des Bindemittels b) und einer Teilzugabe der Säurekomponente e) eingerührt werden, in die so erhaltene Dispersion das Bindemittel b) eingerührt und dann die restliche Säure e) als Komponente zugegeben wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis der Komponenten b), c) und d) zu a) in einem Bereich von 4 : 1 bis 1,5 : 1 liegt.
9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispersion aus dem Lösungsmittel c), siliziumhaltiger Grundkomponente a) und Pigmenten d) sowie gegebenenfalls der Teilzugabe der Säurekomponente e) derart behandelt wird, daß man eine mittlere Teilchengröße der Pigmente von 0,05 bis 5  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 1,0 bis 4  $\mu\text{m}$  erhält.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis von Pigmenten d) zu Bindemittel (b) in einem Bereich zwischen 3 : 1 und 4 : 1 liegt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die aufbereiteten Komponenten bis zu 12 Stunden durch Weitermischen homogenisiert werden.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die zubereitete, keramische, anorganische Überzugsmasse bis zu 26 h belassen wird.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß je länger die Weitermischzeit zur Homogenisierung ist, desto kürzer die anschließende Belaßzeit wird.
14. Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse nach einem der Ansprüche 5 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel Alkohol, Wasser oder ein Gemisch derselben eingesetzt wird.
15. Verfahren zum Zubereiten einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse nach einem der Ansprüche 5 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß als Säurekomponente e) konzentrierte Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ), Salzsäure ( $\text{HCl}$ ) oder Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) zugegeben wird.
16. Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs aus einer keramischen, anorganischen Überzugsmasse auf einem Trägermaterial nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die keramische, anorganische Überzugsmasse nach dem Auftrag auf dem Trägermaterial bei 80°C bis 270°C trocknen gelassen wird.
17. Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Auftrag mit bis zu drei Schichten erfolgt.
18. Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die aufgetragenen Schichten unterschiedliche Zusammensetzungen haben.
19. Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die zu überziehende Oberfläche des Trägermaterials vor dem Aufbringen des Überzugs vorbehandelt wird.
20. Verfahren zum Aufbringen eines Überzugs nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß das Trägermaterial auf eine Temperatur von bis zu 50°C vorgewärmt wird.